

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-135511

(43)Date of publication of application : 18.05.2001

(51)Int.Cl.

H01F 1/08
B22F 3/24
C22C 38/00
C23C 30/00
H01F 1/053
// C23C 18/31

(21)Application number : 11-318060 (71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS CO LTD

(22)Date of filing : 09.11.1999 (72)Inventor : MAKITA AKIRA
NOMI MASAO
SAIGO TSUNEKAZU

(54) MICROMINIATURE MAGNET EXCELLENT IN ANTICORROSION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent deterioration of squareness ratio of a demagnetizing curve after an anticorrosion covering film is coated, in a microminiature Nd-Fe-B based sintered magnet wherein single weight is at most 1 g and the surface is coated.

SOLUTION: Electroless plating or vapor plating is adopted as a means for forming a covering film. Quantity of hydrogen contained in magnet base material and the covering film is controlled to be at most 100 ppm. As a result, deterioration of squareness ratio of a demagnetizing curve can be prevented.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

R2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-135511

(P2001-135511A)

(43) 公開日 平成13年5月18日 (2001.5.18)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
H 0 1 F 1/08		H 0 1 F 1/08	B 4 K 0 1 8
B 2 2 F 3/24	1 0 2	B 2 2 F 3/24	1 0 2 Z 4 K 0 2 2
C 2 2 C 38/00	3 0 3	C 2 2 C 38/00	3 0 3 D 4 K 0 4 4
	3 0 4		3 0 4 5 E 0 4 0
C 2 3 C 30/00		C 2 3 C 30/00	B
審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 6 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願平11-318060

(22) 出願日 平成11年11月9日 (1999.11.9)

(71) 出願人 000183417

住友特殊金属株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号

(72) 発明者 榎田 顕

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72) 発明者 能見 正夫

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(74) 代理人 100075535

弁理士 池条 重信 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐食性のすぐれた超小型磁石

(57) 【要約】

【課題】 単重が1g以下の超小型形状で表面にコーティングを施されたNd - Fe - B系焼結磁石で、耐食性被膜コーティング後の減磁曲線の角形性の低下を防止する。

【解決手段】 被膜形成の手段として無電解めっき、または気相めっきを採用し、かつ、磁石素材と被膜に含まれる水素量を100ppm以下にコントロールすれば、減磁曲線の角形性の低下が防止できる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 単重が1g以下のR-Fe-B系統結永久磁石で、表面積が $S\text{mm}^2$ 、体積が $V\text{mm}^3$ であるとき、 S/V の値が 1mm^{-1} 以上の素材形状を有し、その表面に金属又は合金の被膜を1層以上有し、磁石の水素量が100ppm以下である耐食性のすぐれた超小型磁石。

【請求項2】 被膜が、クロム、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、パラジウム、銀、スズ、金、鉛、ハンダのうちの少なくとも1種の金属または合金である請求項1に記載の耐食性のすぐれた超小型磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、体積に対する面積の割合の大きい、例えば単重1g以下の超小型形状を有するNd-Fe-B系統結永久磁石の耐食性の改良に関し、素材表面からのダメージの影響が顕著となる該超小型形状品の表面コーティングに起因する磁気特性の劣化を効果的に防止した耐食性のすぐれた超小型磁石に関する。

【0002】

【従来の技術】Nd-Fe-B系統結永久磁石は、溶製した特定組成のNd-Fe-B系合金を粉碎して微粉末にし、これを磁界中で配向しながら成形し、得られた成形体を焼結して製造される。また、Nd-Fe-B系統結磁石には、一般に磁石表面の腐食防止の目的で種々材質のコーティングが施される。

【0003】従来のコーティング方法としては、樹脂塗装、蒸着法などの気相めっき、電気めっきなどが一般に用いられている。特に、電気めっきによるニッケルを主体としたコーティングは耐食性にすぐれ、また、磁石の組み込まれる製品のコンタミネーションを防止する効果にすぐれているため、広く用いられている。

【0004】Nd-Fe-B系統結磁石は、MRI、VCM、モータ、アクチュエータなどに広く使われており、実用磁石材料の中で最も高い磁気特性を有するため、これらの応用製品の小型化に貢献している。中でも、モータ、アクチュエータなどに用いられるNd-Fe-B系統結磁石の形状は小型化の一途をたどっており、最近では最大寸法が数mm、単重が1g以下のものも珍しくない。

【0005】このような単重が1g以下の超小型形状のNd-Fe-B系統結磁石を歩留まりよく製造する技術として、例えば、造粒によって流動性を高めた原料粉末を金型に供給後圧縮成形し、これを焼結することで寸法精度の高い磁石素材を得る方法が特開平10-270278号などに開示されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】発明者らは、超小型形状のNd-Fe-B系統結磁石の表面にコーティングを施す検討の過程において、従来技術には以下の問題点があることを知見した。

【0007】すなわち、単重が1g以下の超小型形状のNd-Fe-

B系統結磁石の表面に例えば電気めっきによるニッケル被膜を形成した場合、めっき後の該磁石を着磁して磁気特性を評価すると減磁曲線の角形性が著しく低下することがわかった。

【0008】さらに検討を加えると、この角形性の低下は、単重が1g以下の磁石素材の表面積が $S\text{mm}^2$ 、体積が $V\text{mm}^3$ であるとき、 S/V の値が 1mm^{-1} 以上の場合に特に顕著になることがわかった。

【0009】この発明は、上記の知見で明らかになった超小型形状のR-Fe-B系統結磁石の表面に施した金属又は合金のコーティングにより減磁曲線の角形性が著しく低下する問題を解消し、磁気特性の劣化が少なく、かつ耐食性にすぐれたコーティング被膜の形成されたR-Fe-B系統結永久磁石の提供を目的としている。

【0010】

【課題を解決するための手段】発明者らは、上記の単重が1g以下の超小型形状のR-Fe-B系統結永久磁石の表面コーティングに伴う磁気特性の劣化の問題を解消すべく鋭意検討を重ねた結果、上記の問題のあるコーティング後の磁石素材と被膜に含まれる水素量の分析値は100ppmを超えており、コーティング前の磁石素材に含まれる水素量はたかだか10ppmなので、水素量の増加は電気めっき処理に起因することを知見した。

【0011】すなわち、電気めっき処理によって増加した水素原子の大半は、めっき被膜ではなく被膜よりも内側のNd-Fe-B系統結磁石中に存在している。磁石素材のうち表面付近の水素を吸蔵した部分は、結晶磁気異方性が低下するため保磁力を失い、磁石としての性質を失ってしまう。また、磁石素材に一旦吸蔵された水素は容易に取り除くことができない。

【0012】そこで、電気めっき後の磁石を 800°C 以上に加熱すれば水素量を低減することは可能だが、この場合はめっき被膜そのものが剥離するなどの不具合が生じる。従って、被膜形成に起因する磁気特性の劣化を防ぐには、コーティング処理中に磁石素材が水素を吸蔵しないように工夫することが必要不可欠である。

【0013】発明者らは、被膜形成の手段として無電解めっき、または気相めっきを採用し、かつ、磁石素材と被膜に含まれる水素量を100ppm以下にコントロールすれば、減磁曲線の角形性の低下が防止できることを知見し、また、上記の手段で形成した第1層の被膜上に同様のめっき法、または他のめっき法によって第2、第3の被膜形成を行っても、角形性の低下が比較的小さいことを知見し、この発明を完成させた。

【0014】すなわち、この発明は、単重が1g以下のR-Fe-B系統結永久磁石で、表面積が $S\text{mm}^2$ 、体積が $V\text{mm}^3$ であるとき、 S/V の値が $1\text{mm}^{-1}\sim 50\text{mm}^{-1}$ の素材形状を有し、その表面に金属又は合金の被膜を1層以上有し、磁石の水素量が100ppm以下であることを特徴とするR-Fe-B系統結永久磁石である。

【0015】

【発明の実施の形態】この発明の対象となるR-Fe-B系焼結永久磁石は、所要組成の原料粉末を成形して焼結したものであれば、公知のいかなる組成、製造方法で製造されたものでよい。

【0016】以下にこの発明のR-Fe-B系磁石合金粉末の好ましい組成範囲を説明する。本系磁石合金粉末に使用される希土類元素Rはイットリウム(Y)を包含し、軽希土類及び重希土類を包含する希土類元素である。Rとしては、軽希土類をもつて足り、特にNd、Prが好ましい。また通例Rのうち1種もつて足りるが、実用上は2種以上の混合物(ミッシュメタル、シジムなど)を入手上の便宜などの理由により用いることができ、なお、このRは純希土類元素でなくてもよく、工業上入手可能な範囲で製造上不可避な不純物を含有するもので差し支えない。

【0017】Rは、R-Fe-B系永久磁石を製造する合金粉末の必須元素であって、10原子%未満では高磁気特性、特に高保磁力が得られず、30原子%を超えると残留磁束密度(Br)が低下して、優れた特性の永久磁石が得られないため、Rは10原子%~30原子%の範囲が好ましい。

【0018】Bは、R-Fe-B系永久磁石を製造する合金粉末の必須元素であって、1原子%未満では高い保磁力(iHc)は得られず、28原子%を超えると残留磁束密度(Br)が低下するため、優れた永久磁石が得られないため、1原子%~28原子%の範囲が好ましい。

【0019】必須元素であるFeは、42原子%未満では残留磁束密度(Br)が低下し、89原子%を超えると高い保磁力が得られないので、Feは42原子%~89原子%に限定する。また、Feの一部をCoで置換する理由は、永久磁石の温度特性を向上させる効果及び耐食性を向上させる効果が得られるためであるが、CoはFeの50%を超えると高い保磁力が得られず、優れた永久磁石が得られない。よってCoはFeの50%を上限とする。

【0020】この発明のR-Fe-B合金粉末において、高い残留磁束密度と高い保磁力を共に有する優れた永久磁石を得るためには、R12原子%~16原子%、B4原子%~12原子%、Fe72原子%~84原子%を基本とする組成が望ましい。また、この発明のR-Fe-B合金粉末は、R、B、Feの他、工業的生産上不可避の不純物の存在を許容できるが、Bの一部を4.0原子%以下のC、3.5原子%以下のP、2.5原子%以下のS、3.5原子%以下のCuのうち少なくとも1種、合計量で4.0原子%以下で置換することにより、磁石合金の製造性改善、低価格が可能である。

【0021】さらに、前記R、B、Fe合金あるいはCoを含有するR-Fe-B合金に、9.5原子%以下のAl、4.5原子%以下のTi、9.5原子%以下のV、8.5原子%以下のCr、8.0原子%以下のMn、5原子%以下のBi、12.5原子%以下のNb、10.5原子%以下のTa、9.5原子%以下のMo、9.5原子%以下のW、2.5原子%以下のSb、7原子%以下のGe、3.5原子%以下のSn、5.5原子%以下のZr、5.5原子%以下のHfのうち少なくとも

1種添加含有させることにより、永久磁石合金の高保磁力が可能になる。

【0022】この発明において、R-Fe-B系焼結永久磁石の被膜形成前の素材の形状は、単重が1g以下で、表面積が $S\text{mm}^2$ 、体積が $V\text{mm}^3$ であるとき、 S/V の値が 1mm^{-1} 以上の形状を有するものに限定する。単重が1gを超えたり、 S/V の値が 1mm^{-1} 未満の形状である場合は、この発明で問題としている磁石素材表面付近の変化に起因する減磁曲線の角形性の低下は多少はあるものの、体積に対する表面積の割合が小さいために、磁石全体で磁気特性を評価した場合に影響が顕著に表れてこない。

【0023】従って、単重が1gを超える場合や、 S/V の値が 1mm^{-1} 未満の形状である場合はこの発明の対象外とする。この発明の効果は、単重が1g以下で少なければ少ないほど、また、 S/V の値が 1mm^{-1} を超えて大きければ大きいほど顕著となる。具体例を示すと、例えば一辺の長さが5mmの立方体形状のNd-Fe-B系焼結磁石の単重は0.9g、 S/V の値は 1.2mm^{-1} となり、この発明の対象となる条件を満たす。

【0024】 S/V の値の上限値については、製造技術の限界や、通常のNd-Fe-B系焼結磁石の結晶粒径である $10\mu\text{m}$ 以下の大きさの磁石は保磁力を持ち得ないことから、約 50mm^{-1} 以下に限定される。この発明に用いる磁石素材の形状は、 S/V の値が 1mm^{-1} 以上、 50mm^{-1} 以下、好ましくは 1.5mm^{-1} 以上、 30mm^{-1} 以下、より好ましくは 2mm^{-1} 以上、 20mm^{-1} 以下である。

【0025】また、この発明において、磁石素材の表面積(S)の計算は被膜形成を行う全ての面の面積の合計で行い、例えば、リングなどの穴のあいた形状の場合は、穴の内部の面積も含まれるものとする。なお、この発明において、磁石素材の表面積Sを定量する際に、磁石表面における高低差 $50\mu\text{m}$ 未満の凹凸は無視するものとする。

【0026】上記の条件で限定された寸法を有するR-Fe-B系焼結磁石を作製する方法としては、大きい素材から機械加工によって形状付与する場合と、なるべく加工せずに金型成形と焼結だけで形状付与を行う場合とがある。後者の場合には、小さな開口部を有する金型への原料粉末の供給が困難となるので、成形の前に予め原料粉末を造粒して流動性を高め、金型への給粉を容易にしておくことが好ましい。

【0027】この発明において、無電解めっきは、外部電源によるめっき液と磁石素材との間の通電を行うことをせず、還元剤と金属イオンとを含む無電解めっき用に調整されためっき液の中に磁石素材を浸漬し、素材表面に被膜形成を行う処理をいう。無電解めっき液には、ニッケル、銅をはじめさまざまな金属、合金の被膜形成を行うものが開発されているので、これらの公知の無電解めっき液を用いることができる。

【0028】無電解めっきにおいて、単重が1g以下で S/V の

値が 1mm^{-1} 以上であっても、被膜の厚さが現実的な値、例えば $50\mu\text{m}$ 以下であれば、被覆後の磁石素材と被膜に含まれる水素量の増加を50ppm以下に抑制することができる。

【0029】一般に用いられる電気めっきと無電解めっきとで、被膜形成時に磁石素材に吸蔵される水素量が異なる理由は以下の通りである。いずれのめっき液にも液中に水素イオン(H^+)、あるいはオキソニウムイオン(H_3O^+)が存在している。これらのイオンは金属イオンに比べて移動度が高く、めっき液中に電位差があれば容易に動くことができる。

【0030】電気めっきでは、磁石素材の表面に金属を電析させるために負の電位をかけるが、このために素材の表面に垂直な電場勾配が発生する。水素イオン等は、この電場勾配のために金属イオンよりも高速で磁石表面に引き寄せられ、磁石の内部の電場勾配を駆動力としてさらに磁石内部へと拡散していく。

【0031】一方、無電解めっきでは、めっき液中に含まれる還元剤の作用で素材表面に金属被膜が形成されるが、この過程での電子のやりとりは素材表面のあらゆる位置でランダムに行われるため、電解めっきの場合のようなマクロな電場勾配は発生しない。また、仮に電場勾配が発生したとしても、それは素材表面に平行なものとなるため、水素イオン等を磁石内部に拡散させる駆動力とはなり得ない。

【0032】以上に述べた理由から、無電解めっきを採用した場合、電気めっきに比べて被膜形成時に磁石素材に吸蔵される水素量を著しく低下させることができる。

【0033】この発明において、磁石素材の表面に形成する被膜の材質にはクロム、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、パラジウム、銀、スズ、金、鉛、ハンダのうちの少なくとも1種の金属又は合金を用いることが好ましい。

【0034】前述の方法により、磁石素材の表面に上記の材質からなる第1層目の被膜を無電解めっきによって形成した場合、第1層目の被膜の外側にクロム、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、パラジウム、銀、スズ、金、鉛、ハンダのうちの少なくとも1種の金属又は合金からなる第2、第3の被膜を形成してもよい。

【0035】このような多層被膜の場合、第2層以上の被膜形成時には第1層目の被膜が水素が外部から磁石素材内に拡散することを防止できる。従って、第2層以上の被膜の形成方法は、必ずしも無電解めっきに限定せずとも、例えば電気めっきによっても最終的な水素含有量を100ppm以下に制御することが可能となり、角形性の低下が防止できる。

【0036】この発明において、形成される被膜の厚さは、磁石素材の形状とのバランスと、磁石の使用環境から求められる耐食性の程度とによって適宜選択される。この発明の対象となる形状を有する磁石素材の表面に形成さ

れたすべての被膜の厚さの合計が $50\mu\text{m}$ を超えると、磁石素材の体積に対する被膜の体積の割合が大きくなり、磁石表面の磁束密度が低下してしまい、あるいは一定の大きさの磁束密度を得るために磁石全体の体積を大きくする必要が生ずるので好ましくない。また、被膜厚みが $3\mu\text{m}$ よりも薄いと十分な耐食性が得られない。

【0037】この発明における被膜の厚みの合計は、 $3\mu\text{m}$ 以上、 $50\mu\text{m}$ 以下にすることが好ましい。より好ましい被膜厚みは $5\mu\text{m}$ 以上、 $30\mu\text{m}$ 以下である。

【0038】この発明において、被膜の形成に真空蒸着、スパッタリングなどの公知の気相めっき法を用いることは、水素含有量を100ppm以下に制御するために好ましい。前記の無電解めっき、あるいは電気めっきと組み合わせて多層被膜を形成することも可能である。また、この発明において多層被膜を形成する場合、第1層目の被膜と第2、第3以上の被膜の材質は同一であっても異なってもいずれでもよい。

【0039】R-Fe-B系焼結永久磁石は、水素を吸蔵しやすい性質を持っている。この発明の対象となる形状を有する磁石素材を同じ条件で電気めっきすると、水素が拡散、吸蔵される素材表面からの深さは大きな素材の場合と同等であっても、水素吸蔵によって保磁力が低下する部分の体積の割合が磁石全体の体積に比べて大きいために、磁石全体の磁気特性を評価すると減磁曲線の角形性が著しく低下する。

【0040】上記の体積比率を知るためには、被膜成形後の水素含有量を分析する方法が最も簡便である。すなわち、コーティング前の磁石素材に含まれる水素量はたかだか10ppm程度であり、コーティング処理中に吸蔵される水素はほとんどが被膜ではなく磁石素材の表面付近に存在する。従って、被覆後の磁石素材と被膜に含まれる水素量を分析すれば、磁石素材の中で水素吸蔵の影響を受けて保磁力が低下した部分の体積比率の目安が得られる。

【0041】この発明において、水素の含有量は絶対値でなく、分析した試料の重量に対する相対値(単位:ppm)で表すものとする。単重が 1g 以下で、 S/V の値が 1mm^{-1} 以上の本系焼結磁石においては、上記の水素量が100ppmを超えると減磁曲線の角形性が顕著に低下するため、磁石素材と被膜に含まれる水素量は100ppm以下が好ましい。水素量のより好ましい範囲は50ppm以下である。

【0042】被膜成形後の本系焼結磁石に含まれる水素量を分析する方法としては、試料全体を加熱したときに放出されるガスを測定する方法が最も簡便である。より好ましくは、被膜部分を除く磁石素材のみに含まれる水素量が測定できればよいが、これは事実上不可能である。しかし、試料中の水素のほとんどは磁石素材中に存在しているので、磁石素材と被膜からなる試料全体の分析を行っても何ら差し支えない。

【0043】この発明が対象とする特定形状の超小型磁石の

磁気特性の評価には、試料振動型磁力計(VSM)を用いるのが好ましい。減磁曲線の角形性は以下のように定義する。すなわち、試料をパルス磁界等によりフル着磁した後、VSMを用いて減磁曲線(J-H曲線)の第1象限と第2象限を測定し、適当な方法により反磁界の補正を行う。得られたグラフ上において、減磁曲線とy軸との交点のy座標は残留磁束密度Brを示す。グラフ上にx軸と平行でy座標が $Br \times 0.9$ であるような直線を引き、その直線と減磁曲線との交点のx座標($-H_k$)の絶対値 H_k をこの減磁曲線の角形性と定義する。

【0044】角形性がすぐれた磁石では、第2象限の磁化Jは保磁力点 H_{cJ} に至るまでほぼ一定で保磁力点で急激に低下するので、減磁曲線は直角に角張った形となる。この場合、 H_k は H_{cJ} の値とほとんど同じになる。一方、何らかの理由で角形性が低下している磁石では第2象限の磁化JはBrから徐々に低下し、 H_k の値は H_{cJ} の値に比べて低くなる。角形性の低下は、磁石の内部の保磁力が一定でなく、部分的に保磁力の低いところが存在することを意味する。角形性が低下すると、B-H曲線上の保磁力 H_{cB} や最大エネルギー積(BH)maxが低下し、磁石表面の磁束密度も低下するため、磁気特性上好ましくない。

【0045】

【実施例】実施例1

Ndが31.0重量%、Bが1.0重量%、残部Fe及び不可避免的に含有される元素からなる組成を有し、平均粒径が $3.0\mu\text{m}$ のNd-Fe-B系原料粉末を磁界中で成形し、得られた成形体

を 1080°C で2時間焼結して焼結磁石を得た。その後、これを切断加工して一辺 3.0mm ($S/V=2\text{mm}^{-1}$)、単重 0.02g の立方体形状の磁石試料を多数個作製した。

【0046】得られた試料の水素含有量は8ppmであった。また、着磁後の磁気特性は、残留磁束密度Brが 1.30T 、保磁力 H_{cJ} が 1050kA/m 、減磁曲線の角形性は 950kA/m であった。

【0047】次に、得られた試料に表1に示す材質の被膜を同じく表1に示す厚みで真空蒸着、スパッタリング、または無電解めっきにより形成した。被膜形成後の試料に含まれる水素量と、着磁後の減磁曲線の角形性をそれぞれ測定した結果を表1に示す。

【0048】比較例1

実施例1で作製したのと同じ磁石の一辺が 3.0mm の立方体試料に対して、表1に示す材質の被膜を同じく表1に示す厚みで通電による電気めっきで形成した。被膜形成後の試料の水素含有量と、着磁後の減磁曲線の角形性をそれぞれ測定した結果を表1に示す。

【0049】表1に示した結果から、この発明によれば、超小型形状品の表面コーティングにおいて、磁石素材と被膜に含まれる水素量を 100ppm 以下とすることができ、その結果として、電気めっき法によるものと比較して、減磁曲線の角形性の値がコーティング前に比べて著しく減少する不具合が防止できることがわかる。

【0050】

【表1】

	被膜材質	被膜形成方法	被膜厚さ (μm)	水素量 (ppm)	H_k (kA/m)
実施例1	クロム	無電解めっき	6	11	940
	鉄	無電解めっき	8	10	935
	コバルト	無電解めっき	3	9	930
	ニッケル	無電解めっき	17	23	925
	銅	無電解めっき	32	60	895
	亜鉛	無電解めっき	5	10	945
	パラジウム	スパッタリング	13	27	935
	銀	無電解めっき	9	18	910
	スズ	無電解めっき	50	95	890
	金	真空蒸着	5	11	915
	鉛	無電解めっき	14	12	900
	ハンダ	無電解めっき	9	13	905
比較例1	クロム	電気めっき	12	126	445
	ニッケル	電気めっき	19	162	430
	銅	電気めっき	29	218	315
	スズ	電気めっき	47	239	230
	金	電気めっき	6	105	485
	ハンダ	電気めっき	11	173	390

*水素量は、磁石素材と被膜からなる試料全体に含まれる水素の分析値(相対値)で表す

【0051】実施例2

Ndが31.0重量%、Bが1.0重量%、残部Fe、および不可避免的

に含有される元素からなる組成を有し、平均粒径が $3.0\mu\text{m}$ のネオジム-鉄-ボロン系原料粉末 1kg にバインダーと

してポリビニルアルコールの10%水溶液を30g加え、さらに水を加えて攪拌することで濃度70%のスラリーを作製した。このスラリーをスプレードライヤーに供給して噴霧乾燥することで、平均粒子径(二次粒子径)が $80\mu\text{m}$ の造粒粉を得た。

【0052】続いて、この造粒粉を金型に供給し、磁界中成形した後、得られた成形体を水素中において 500°C で2時間、脱バインダーした。引き続き 1080°C で2時間焼結して外径2.0mm、内径1.0mm、高さ1.0mm(単重0.018g、 $S/V=6\text{mm}^{-1}$)の試料を得た。

【0053】試料の配向方向は高さ方向であった。得られた試料の水素含有量は9ppmであった。また、着磁後の磁気特性は、残留磁束密度Brが1.25T、保磁力 H_{cJ} が1080kA/m、減磁曲線の角形性は960kA/mであった。

【0054】次に、得られた試料に表2に示す気相めっき、または無電解めっきによる第1層目の被膜を形成した後、さらに表2に示す第2層目の被膜を形成した。得られた2層コーティング後の試料に含まれる水素量と、着磁

後の減磁曲線の角形性をそれぞれ測定したを表2に示す。

【0055】比較例2

実施例2で用いたものと同じロットの試料に、表2に示す実施例2の第2層と同じ仕様の被膜を第1層に形成した後、試料に含まれる水素量と、着磁後の減磁曲線の角形性をそれぞれ測定した結果を表2に示す。

【0056】表2に示した結果から、この発明によれば、超小型形状品の表面コーティングにおいて電気めっきの下地として気相めっき、または無電解めっき層を設けることにより、磁石素材と被膜に含まれる水素量を100ppm以下とすることができた。その結果として、下地層がない場合にと比較して、減磁曲線の角形性の値がコーティング前に比べて著しく減少する不具合が防止できることがわかる。

【0057】

【表2】

	第1層			第2層			水素量 (ppm)	H_k (kA/m)
			厚さ μm			厚さ μm		
実施例2	コバルト	無電解めっき	6	ニッケル	電気めっき	25	94	920
	ニッケル	真空蒸着	8	クロム	電気めっき	15	32	950
	銅	無電解めっき	17	ハンダ	電気めっき	20	47	935
比較例2	ニッケル	電気めっき	25	-	-	-	186	95
	クロム	電気めっき	15	-	-	-	127	240
	ハンダ	電気めっき	20	-	-	-	169	175

*水素量は、磁石素材と被膜からなる試料全体に含まれる水素の分析値(相対値)で表す

【0058】

【発明の効果】この発明によると、超小型形状のR-Fe-B系焼結磁石の表面に施した金属又は合金のコーティングにより減磁曲線の角形性が著しく低下する問題が解消さ

れ、コーティング被膜の形成後の磁気特性の劣化が少なく、かつ耐食性にすぐれたR-Fe-B系焼結永久磁石が得られる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

H01F 1/053

// C23C 18/31

識別記号

F I

C23C 18/31

H01F 1/04

テマコード(参考)

A

H

(72)発明者 西郷 恒和

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住
友特殊金属株式会社山崎製作所内

Fターム(参考) 4K018 AA27 FA23 KA45

4K022 AA02 AA44 BA01 BA03 BA06

BA07 BA08 BA09 BA14 BA17

BA18 BA21 BA25 BA32 DA01

4K044 AA02 BA02 BA06 BA08 BA10

BC02 BC14 CA13 CA14 CA16

5E040 AA04 BC01 BD01 CA01 HB14

NN01 NN06